

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-002916
(43)Date of publication of application : 07.01.1997

(51)Int.Cl. A61K 6/093
A61C 7/00
A61K 6/10
C08K 3/10
C08L 83/05
C08L 83/07

(21)Application number : 07-150588 (71)Applicant : TOSHIBA SILICONE CO LTD
(22)Date of filing : 16.06.1995 (72)Inventor : SHIRASUGA NAOKI
CHIBA SHUJI
SAITO MASAKO

(54) CORE MATERIAL FOR DENTAL CORRECTION BY INDIRECT BONDING METHOD

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a transparent core material good in workability, easy in the confirmation of a bracket, and enabling an accurate correction.

CONSTITUTION: This core material comprises a silicone rubber obtained by curing by an addition reaction, and has a viscosity of 300–1000Pa.s at 20° C in a non-cured state, a ratio of 1.05–1.20 between viscosities measured in rotation numbers of 2min⁻¹ and 4min⁻¹, respectively, a hardness (JISA) of 20–60 after cured, a tear strength of 5–20kgf/cm, and a 400nm wavelength light transmittance of ≥70% in a thickness of 2mm.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-2916

(43)公開日 平成9年(1997)1月7日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	府内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 K	6/093		A 6 1 K	6/093
A 6 1 C	7/00			6/10
A 6 1 K	6/10		C 0 8 K	3/10
C 0 8 K	3/10		C 0 8 L	83/05
C 0 8 L	83/05			83/07 L R P

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平7-150588	(71)出願人 東芝シリコーン株式会社 東京都港区六本木6丁目2番31号
(22)出願日 平成7年(1995)6月16日	(72)発明者 白須賀 直樹 東京都北区中里1-1-9
	(72)発明者 千葉 修二 東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝シリコーン株式会社内
	(72)発明者 斎藤 雅子 東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝シリコーン株式会社内
	(74)代理人 弁理士 津国 肇 (外1名)

(54)【発明の名称】 インダイレクトボンディング法歯科矯正用コア材

(57)【要約】

【構成】 付加反応によって硬化して得られるシリコーンゴムからなり、未硬化状態の25°Cにおける粘度が300~1,000Pa·sで、回転数2min⁻¹と4min⁻¹で測定した粘度の比が1.05~1.20であり；硬化後の硬さ (JISA) が20~60、引裂強さが5~20kgf/cmで、波長400nmの光の透過率が厚さ2mmにおいて70%以上であるインダイレクトボンディング法歯科矯正用コア材。

【効果】 作業性が良好で、透明でプラケットの確認が容易であり、正確な矯正ができるコア材が得られる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ケイ素原子に結合したビニル基とヒドロシリル基との反応によって硬化して得られ、下記の条件を満たすシリコーンゴムからなるインダイレクトボンディング法歯科矯正用コア材。

(1) 未硬化状態の25°Cにおける粘度が、回転粘度計のスピンドル回転数4min⁻¹において300~1,000Pa·sであり、かつ回転数2min⁻¹における測定値が回転数4min⁻¹における測定値の1.05~1.20倍であり；

(2) 硬さ (JIS A) が20~60であり；

(3) 引裂強さが5~20kgf/cmであり；

(4) 波長400nmの光の透過率が、厚さ2mmにおいて70%以上である。

【請求項2】 23°Cにおける硬化時間が3~30分である請求項1記載のコア材。

【請求項3】 シリコーンゴムが、

(A) ケイ素原子に結合したビニル基を1分子中に2個以上有するポリオルガノシロキサン；

(B) ケイ素原子に結合した水素原子を1分子中に3個以上有するポリオルガノハイドロジエンシロキサン、

(A) 成分中の1価の脂肪族不飽和炭化水素基1個に対して、ケイ素原子に結合した水素原子の数が0.5~1.0個となるような量；および

(C) 白金系化合物、(A)に対して白金原子換算1~300ppm；を含むポリオルガノシロキサン組成物を硬化させたものであって、(A)が、(A)の全量に対して

(a) 平均重合度3,000~20,000の、実質的に直鎖状のポリジオルガノシロキサン 5~60重量%；

(b) 分岐状ないし分岐を含む環状のポリオルガノシロキサン 10~40重量%；および

(c) 平均重合度5~1,000の直鎖状ポリジオルガノシロキサン 残余量からなることを特徴とする請求項1または2記載のコア材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明はインダイレクトボンディング法による歯科矯正に用いられるコア材に関し、さらに詳細には、室温で速やかに硬化して透明なゴムとなり、歯科矯正におけるブラケットの位置を確認しやすく、作業性に優れた、上記の目的に適したコア材に関する。

【0002】

【従来の技術】歯科における矯正作業において、患者の苦痛を軽減し、矯正医の作業時間を短縮し、また正確な矯正を実施するために、インダイレクトボンディング法が重視されている。そして、その改良のための検討が種々行われている。

【0003】インダイレクトボンディング法において、口腔内模型にブラケットを固定するためのコア材として、歯科用シリコーン印象材のうちのパテタイプのものが使用されてきた。しかし、このようなパテタイプの印象材は、未硬化状態でタレがないという利点はあるが、粘土状であって流動性を示さず、硬化後のゴムの硬さが非常に高く、また多量の充填剤を用いるので不透明である。それゆえ、このようなパテタイプの印象材をコア材として用いると、ブラケットを固定する際の加圧に要する力が強すぎてブラケットの位置がずれ、またブラケットの位置が確認できないなど、作業上の問題があった。

【0004】特開平5-194860号公報には、このような歯科矯正においてブラケットの固定に用いられる咬合登録用の透明な材料として、ベースポリマーであるビニル基含有ポリオルガノシロキサンが、高分子量のポリオルガノシロキサンのほかに、短い直鎖状のポリオルガノシロキサンと、短い分岐状のポリオルガノシロキサンとを含み、高度に分散性の、煙霧質シリカのような微粉末無機質充填剤および染料を含有する付加反応型ポリシロキサン組成物を硬化させて得られるシリコーン硬化物を用いることが開示されている。ここに開示されている硬化物は、透明性は改良されているものの、硬さが非常に高く、かつ引裂強さが大きすぎるので、脱型しにくい。また、脱型するときに加えられる応力で、ブラケットがはずれやすいという欠点がある。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、このような問題点を解決して、インダイレクトボンディング法に用いてブラケットの位置を容易に確認でき、作業性に優れ、そのことによりブラケットの正確な位置づけを可能にするコア材を提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記の目的を達成するために検討を重ねた結果、未硬化状態で特定の流動性とチキソトロピー性を有し、硬化後の硬さ、引裂強さおよび光透過性を特定の範囲に収めた付加反応型ポリオルガノシロキサン組成物の硬化物をコア材として用いることによって、その目的を達成しうることを見出し、さらに、ベースポリマーとして特定の重合度を有する高重合度ビニル基含有ポリオルガノシロキサンと、分岐を含むビニル基含有ポリオルガノシロキサンとの組合せを用いることによって、充填剤を含まずに、上記の目的に合致した組成物が得られることを見出して、本発明を完成するに至った。

【0007】すなわち、インダイレクトボンディング法による本発明の歯科矯正用コア材は、ケイ素原子に結合したビニル基とヒドロシリル基との反応によって硬化して得られ、下記の条件を満たすシリコーンゴムからなる。

【0008】(1) 未硬化状態の25°Cにおける粘度

が、回転粘度計のスピンドル回転数 4 min^{-1} において $300\sim1,000\text{ Pa}\cdot\text{s}$ であり、かつ回転数 2 min^{-1} における測定値が回転数 4 min^{-1} における測定値の $1.05\sim1.20$ 倍であり；

(2) 硬さ (JIS A) が $20\sim60$ であり；

(3) 引裂強さが $5\sim20\text{ kgf/cm}$ であり；

(4) 波長 400 nm の光の透過率が、厚さ 2 mm において 70% 以上である。

【0009】本発明のコア材を構成するシリコーンゴムは、人体に有害な成分や、粘膜に刺激を与える成分を含まず、任意の形状に、室温付近の温度で硬化させることができ、硬化による寸法の変化がなく、透明なものが得やすいことから、ケイ素原子に結合したビニル基とケイ素一水素結合との間の付加反応によって硬化する機構のものであり、特に下記の各種の条件に適合する、未硬化状態で流動性を有する付加反応型シリコーンゴムである。

【0010】該シリコーンゴムは、未硬化状態の 25°C における粘度が、JIS K 7117に規定されているSA7号スピンドルを用いる回転粘度計によって測定されたとき、回転数 4 min^{-1} で $300\sim1,000\text{ Pa}\cdot\text{s}$ 、好ましくは $300\sim600\text{ Pa}\cdot\text{s}$ である。 $300\text{ Pa}\cdot\text{s}$ 未満では、粘度が低すぎるためにコア作成の際にタレを生じ、 $1,000\text{ Pa}\cdot\text{s}$ を越えると、組成物を容器から押出す際の押出し性が重くて作業性が悪いうえに、押出しによってプラケットが移動することがある。

【0011】また、優れた作業性を得るために、未硬化状態における上記のシリコーンゴムは、静止中よりも应力を与えた状態で流動性を増す適度のチキソトロピー性を有する。すなわち、上記のスピンドルを用いる回転粘度計により、回転数 2 min^{-1} における測定法が、回転数 4 min^{-1} における測定値の $1.05\sim1.20$ 倍である。この比が 1.05 未満では、処理に適する流動性を示す未硬化シリコーンゴムが、処理後の流動性のために垂れ落ちてしまい、 1.20 を越えると、処理の際に押出しにくくて作業性が悪いうえに、押出しによってプラケットが移動することがある。

【0012】硬化後の該シリコーンゴムの硬さは、JIS K 6301に規定されているスプリング式硬さ試験器A形による硬さが $20\sim60$ 、好ましくは $30\sim50$ である。 20 未満ではコア材としての弾性が不十分であり、 60 を越えると硬すぎて脱型の際の作業性が悪い。

【0013】また、該シリコーンゴムは、JIS K 6301に規定されているA形試験片による引裂強さが $5\sim20\text{ kgf/cm}$ である。 5 kgf/cm 未満では脱型の際に破損しやすく、 20 kgf/cm を越えると脱型の際の作業性が悪い。さらに、該シリコーンゴムは、JIS K 6301に規定されているダンベル2号形試験片による引張強さが $20\sim60\text{ kgf/cm}^2$ であることが好ましく、 $30\sim50\text{ kgf/cm}^2$ がさらに好ましい。 20 kgf/cm^2 未満ではゴ

ム強度が弱くともろく、 60 kgf/cm^2 を越えると、脱型の際の作業性が悪い。

【0014】本発明のコア材として用いられるシリコーンゴムの重要な特徴のひとつは、プラケットの位置の確認を容易にするための透明性である。すなわち、波長 400 nm の光の透過率は、厚さ 2 mm において 70% 以上が必要であり、好ましくは 80% 以上である。透過率が 70% 未満では、プラケットの位置が確認しにくい。

【0015】本発明のコア材として用いられるシリコーンゴムは、前述のような流動性を有する付加反応型ポリオルガノシロキサン組成物を、室温付近の温度で、固定作業に好適な時間範囲に硬化させて得られることが好ましい。すなわち、硬化時間は、温度 23°C において好ましくは $3\sim30$ 分、さらに好ましくは $5\sim15$ 分である。硬化時間が 3 分未満では、硬化が速すぎて作用性が悪く、 30 分を越えると、プラケットの固定に時間がかかりすぎて非能率であるうえ、患者に苦痛を与える。

【0016】このような条件を満たすシリコーンゴムは、代表的には、

(A) ケイ素原子に結合したビニル基を1分子中に2個以上有するポリオルガノシロキサン；

(B) ケイ素原子に結合した水素原子を1分子中に3個以上有するポリオルガノハイドロジエンシロキサン、

(A) 成分中の1価の脂肪族不飽和炭化水素基1個に対して、ケイ素原子に結合した水素原子の数が $0.5\sim1.0$ 個となるような量；および

(C) 白金系化合物、(A)に対して白金原子換算 $1\sim300\text{ ppm}$ ；を含み、(A)が、(A)の全量に対して

(a) 平均重合度 $3,000\sim20,000$ の、実質的に直鎖状のポリジオルガノシロキサン 5~60重量%；

(b) 分岐状ないし分岐を含む環状のポリオルガノシロキサン 10~40重量%；および

(c) 平均重合度 $5\sim1,000$ の直鎖状ポリジオルガノシロキサン 残余量からなることを特徴とするポリオルガノシロキサン組成物を硬化させて得られる。

【0017】(A) 成分のビニル基含有ポリオルガノシロキサンは、本発明においてコア材のベースポリマーとなる成分である。(A) 成分は、ケイ素原子に結合したビニル基を1分子中に2個以上有し、該ビニル基と

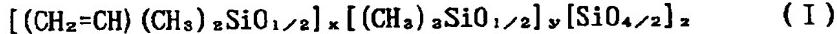
(B) 成分に含まれるヒドロシリル基との間の付加反応により、網状構造を形成する。

【0018】(A) 成分のケイ素原子に結合したビニル基以外の有機基としては、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、オクチル、デシル、ドデシルなどのアルキル基；シクロヘキシルなどのシクロアルキル基；フェニルなどのアリール基；2-フェニルエチル、2-フェニルプロピルなどのアラルキル基；ならびに3,3,3-トリフルオロプロピルなどの置換炭化水素基が例示される。これらのうち、合成が容易であつ

て、機械的強度および硬化前の流動性などの特性のバランスが優れている点から、90%以上がメチル基であることが好ましく、実質的にすべてメチル基であることが最も好ましい。

【0019】前述のように、本発明に用いられる代表的な(A)成分は、ビニル基含有ポリオルガノシロキサン(a)および(b)からなるか、または(a)、(b)および(c)からなる混合物である。

【0020】(a)は、ミラブル型シリコーンゴムにおいてベースポリマーとして用いられるのと同様の高分子量のポリジオルガノシロキサンである。平均重合度は通常、3,000～20,000であり、5,000～7,000が好ましい。(a)の平均重合度が3,000未満では十分なチキソトロピー性が得られず、20,000を越えるものは工業的に合成することが困難である。ビニル基は、分子鎖の末端または途中のいずれのケイ素原子に結合してもよく、その両者に結合していてもよい。全有機基中のビニル基の量は、通常0.05～5



(式中、 $(x+y)/z$ は0.4～4.0、 x/z は0.1～2.0、 y/z は0.1～3.0、 z は20以下の数である)で示される樹脂状または油状のビニル基含有ポリオルガノシロキサンが好ましい。

【0023】(A)成分中の(b)の量は10～40重量%が好ましく、12～30重量%がさらに好ましい。10重量%未満では、硬化して得られるシリコーンゴムに十分な硬さと引裂強さを与えることができず、40重量%を越えると硬化後の引裂強さが過大となり、いずれもコア材として用いるときの作業性が好ましくない。

【0024】(c)は通常、重合度5～1,000のポリジオルガノシロキサンであり、シロキサン骨格は直鎖状で、油状を呈する。平均重合度が5未満では、揮発性を生じ、系中に安定に存在しにくい。また1,000を越えると、(a)および(b)との組み合わせによって、チキソトロピー性と、硬化したコア材として必要な物性の範囲を確保することが困難である。ビニル基は分子鎖の末端または途中のいずれのケイ素原子に結合してもよく、その両者に結合していてもよいが、合成が容易で、硬化して得られるシリコーンゴムに優れた物性を与えることから、両末端のケイ素原子にビニル基が結合しているものが好ましい。25℃における粘度は50～20,000mPa·sが好ましく、100～10,000mPa·sがさらに好ましい。

【0025】(A)成分中の(c)の量は、(a)、(b)の残余量、すなわち0～75重量%が好ましく、30～60重量%がさらに好ましい。75重量%を越えると、十分な引裂強さが得られない。

【0026】本発明で用いられる(B)成分のポリオルガノハイドロジェンシロキサンは、分子中に含まれるヒ

モル%であり、0.05～0.2モル%が好ましい。

【0021】(A)成分中の(a)の量は5～60重量%が好ましく、15～40重量%がさらに好ましい。5重量%未満ではチキソトロピー性が得られず、60重量%を越えるとチキソトロピー性が過大となって、処理の際の流動性が得られない。

【0022】(b)としては、四官能性シロキサン単位($\text{SiO}_{4/2}$ 単位)と一官能性シロキサン単位($\text{R}_3\text{SiO}_{1/2}$ 単位)、またはそれに加えて二官能性シロキサン単位($\text{R}_2\text{SiO}_{2/2}$ 単位)からなる(式中、Rは置換または非置換の1価の炭化水素基を表す)、分岐状ないし分岐を含む環状のシロキサン骨格を有する樹脂状または油状のポリオルガノシロキサンが挙げられ、 $\text{R}_3\text{SiO}_{1/2}$ および/または $\text{R}_2\text{SiO}_{2/2}$ 単位、好ましくは $\text{R}_3\text{SiO}_{1/2}$ 単位のRの一部として、ビニル基が存在している。反応性および得られるシリコーンゴムの物性から、単位式(I)：

【化1】

ドロシリル基が(A)成分中のビニル基への付加反応を行うことにより、(A)成分の架橋剤として機能するものであり、硬化物を網状化するために、該付加反応に関与する、ケイ素原子に結合した水素原子を少なくとも3個有している。

【0027】シロキサン単位のケイ素原子に結合した有機基としては、前述の(A)成分におけるビニル基以外の有機基と同様のものが例示され、それらの中でも、合成が容易な点から、メチル基が最も好ましい。(B)成分におけるシロキサン骨格は、直鎖状、分岐状および環状のいずれであってもよく、これらの混合物を用いてもよいが、硬化後の組成物に、充填剤なしに適度の物性を与えることから、分岐状または分岐を含む環状のものが好ましい。

【0028】同一のケイ素原子に2個以上の水素原子が結合したポリオルガノハイドロジェンシロキサンを合成することは困難なので、(B)成分は3個以上のシロキサン単位からなることが好ましい。粘度は通常、2～1,000mPa·sであり、好ましくは5～100mPa·sである。

【0029】(B)成分の配合量は、(A)成分中のビニル基1個に対して(B)成分中のケイ素原子に結合した水素原子が通常、0.5～10個、好ましくは1～5個となるような量である。上記の水素原子の存在比が0.5未満となるような量では、硬化が完全に終了しないため、組成物を硬化して得られるシリコーンゴムが粘着性を帯び、コア材の離型性、また型取りして得られる複製品の該シリコーンゴム型に対する離型性が低下する。逆に、該存在比が10を超えるような量の場合は、硬化の際に発泡が起こりやすく、そのため表面状態の良

くないコア材を与え、またコア材の経時安定性も低い。
【0030】本発明で用いられる(C)成分の白金系化合物は、(A)成分中のビニル基と(B)成分中のヒドロシリル基との間の付加反応を促進させるための触媒であり、常温付近において硬化反応の触媒能が良好である。

【0031】白金系化合物としては、塩化白金酸、塩化白金酸とアルコールの反応生成物、白金-オレフィン錯体、白金-ビニルシロキサン錯体などが例示される。このうち、得られるシリコーンゴムの透明性が優れることと、触媒活性および保存性が良好なことから、塩化白金酸とアルコールの反応生成物、白金-オレフィン錯体および白金-ビニルシロキサン錯体が好ましい。

【0032】(C)成分の配合量は、(A)成分に対し、白金原子換算で通常、0.1～300ppm、好ましくは1～100ppmである。0.1ppm未満の場合は、硬化速度が遅く、硬化が完全に終了しないため、コア材が粘着性を帯びて、離型性が低下する。一方、300ppmを越えて配合してもその効果が少なく、不経済でもある。

【0033】本発明のコア材は、上述の(A)、(B)および(C)成分を含むポリオルガノシロキサン組成物を硬化させて得られるシリコーンゴムからなる。本発明において特徴的なことは、通常、この種の付加反応型シリコーンゴムに用いられる無機質充填剤を配合しないで、透明性とともに、すでに述べたような適度の物性を有するコア材を得ることであるが、本発明の特徴、特に透明性を損なわない程度に、必要に応じて少量の無機質微粉末を充填剤として配合しても差し支えない。このような充填剤としては、煙霧質シリカ、シリカエロゲル、沈殿シリカのような平均粒径60nm以下、好ましくは20nm以下の微粉末シリカが例示され、これを配合した組成物の透明性および保存中の粘度安定性が優れることから、ヘキサメチルジシラザン、トリメチルクロロシラン、ジメチルジクロロシラン、ヘキサメチルシクロトリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサンおよびそれらの混合物によって表面処理されていることが好ましい。また、同様に、透明性を損なわない程度に、染料などを適宜配合してもよい。

【0034】本発明のコア材として用いられるシリコーンゴムは、上記の(A)、(B)および(C)成分を含むポリオルガノシロキサン組成物から得られるが、該組成物は、上記の3成分を混合することによって、常温で硬化反応を起こす。したがって、通常は(A)および(B)成分を1個の包装に、(A)および(C)を別の包装に保管しておき、混合容器において、使用直前にスタティックミキサーのような混合機を用いて混合し、必要に応じて脱泡し、ノズルを付設したチューブなどから押出して、プラケットの固定に用いる。また、練和、塗布、整形のために、へらなどを用いてもよい。

【0035】

【発明の効果】本発明によって、未硬化の状態では容易に押出しが可能で、しかもタレ性がなく、押し出しの際にプラケットを移動させることなく、適度の硬化速度を有し、未硬化状態から硬化後に至るまで透明性を保つコア材が得られる。該コア材を用いると、プラケットの位置の確認が容易であり、かつ硬化後の脱型が容易で破損がない。

【0036】本発明のコア材は、このような特徴を有するため、それを用いてインダイレクトボンディング法による歯科矯正を容易に、かつ正確に行うことが可能であり、きわめて有用である。

【0037】

【実施例】以下の実施例および比較例によって、本発明をさらに具体的に説明する。本発明は、実施例によって限定されるものではない。以下の実施例および比較例において、部は重量部を表し、特にことわらないかぎり、粘度その他の物性値は25°Cにおける値を示す。

【0038】以下の実施例および比較例に、(A)成分および(B)成分として、下記のようなポリシロキサンを用いた。

A-1：両末端がトリメチルシリル基で封鎖され、メチルビニルシロキシ単位0.2モル%とジメチルシロキシ単位99.8モル%からなる平均重合度6,000のポリメチルビニルシロキサン；

A-2：粘度500mPa·sの α 、 ω -ジビニルポリジメチルシロキサン；

A-3：式(I)の単位式を有し、ジメチルビニルシロキシ単位：トリメチルシロキシ単位：SiO_{4/2} 単位のモル比が5：1：8の分岐状ポリメチルビニルシロキサン；

A-4：粘度50,000mPa·sの α 、 ω -ジビニルポリシロキサン；および

B-1：粘度50mPa·sで、ケイ素原子に結合した水素原子を1.0重量%含有する、分岐を含み、シロキサンの環状構造を有するポリメチルハイドロジェンシロキサン。

【0039】(C)成分としては、1,3-ジビニル-1,1,3,3-テトラメチルジシロキサンと塩化白金酸とを加熱して得た白金-ビニルシロキサン錯体(C-1)を用いた。また、比較例において、シリカとして、比表面積300g/m²の煙霧質シリカをヘキサメチルジシラザンで表面処理したもの用いた。

【0040】実施例、比較例1～3

実施例は本発明によるコア材、比較例1は公知の配合により充填剤を除いたコア材、比較例2はその組成に煙霧質シリカを配合したコア材、そして比較例3はパテタイプの印象材である。

【0041】表1に示す配合比により、それぞれ、(A)成分と(B)成分を含む配合物(以下、AB配合

物という)、および(A)成分と(C)成分を含む配合物(以下、AC配合物といふ)を調製した。すなわち、各成分を配合して、均一になるまで混合し、減圧にして脱泡した。静置後、JIS K 7117による回転粘度計と、同JISに規定されているSA7号スピンドルを用い、回転数4min⁻¹および2min⁻¹において粘度を測

定し、粘度比を算出した。粘度および粘度比は、表1に示すとおりであった。ただし、比較例3で得られた配合物は、パテ状であつて、上記の粘度計による粘度の測定が不可能であった。

【0042】

【表1】

表1

		実施例	比較例1	比較例2	比較例3
A	組成(部)				
	A-1	272			127
	A-2	484			
	A-3	146	146	110	100
	B				
	A-4		756	567	
B					
	B-1	98	98	73	14
	シリカ			250	695
	顔料				64
	粘度(25°C, Pa·s)				
	2min ⁻¹	640	202	710	-*
C					
	4min ⁻¹	600	200	500	-*
	粘度比	1.07	1.01	1.42	-
	組成(部)				
	A-1	284			126
	A-2	566			
C					
	A-3	150	150	112	119
	A-4		850	638	
	C-1	0.1	0.1	0.1	0.1
	シリカ			250	690
	顔料				65
D	粘度(25°C, Pa·s)				
	2min ⁻¹	580	214	750	-*
	4min ⁻¹	540	210	500	-*
	粘度比	1.07	1.02	1.50	-

(注) * : 測定不能

【0043】ついで、このようにして調製されたAB配合物とAC配合物を、それぞれ重量比1:1になるよう混合し、減圧脱泡して、コア材用の未硬化組成物を調製した。これをブラケットを包囲するようにノズルから押出し、23°Cにおいて硬化時間を測定した。また、処理した組成物が硬化に至る過程におけるタレの有無と、塗布によるブラケットの移動の有無を観察した。また、押出しからブラケット固定後の脱型作業を含めて、作業

性の評価を行った。

【0044】一方、上記のようにして得た未硬化組成物を、厚さ2mmのシート状に硬化させて、得られたシートの機械的性質と透明性を測定した。これらの結果は、表2に示すとおりであった。

【0045】

【表2】

表2

	実施例	比較例1	比較例2	比較例3
硬化				
硬化時間 (23°C, min)	6	2	2	2
タレ性	なし	あり	なし	なし
プラケットの移動	なし	なし	なし	あり
硬化後				
硬さ (JIS, A形)	40	42	75	75
引張強さ (kgf/cm ²)	30	30	80	30
伸び (%)	150	160	200	40
引裂強さ (kgf/cm)	8	10	25	5
光透過率 (400nm, %)	95	95	65	0
作業性	優	不可	不可	不可

【0046】比較例1の組成物は、粘度および粘度比がいずれも小さいために、処理後、硬化までの間にタレを生じた。これに煙霧質シリカを配合した比較例2の組成物は、作業中にプラケットが透視できず、また、硬化して得られたコア材は硬さが高く、引裂強さも高いために、プラケット固定後に脱型にくかった。比較例3の組成物は、流動性がなくて押し出し作業性が悪く、押し出しによってプラケットの移動を生じ、しかも該プラケット

が透視できないので、その移動の有無を確認しにくかった。また、プラケット固定後の脱型もしにくかった。それに対して、実施例の組成物は、押し出しやすく、タレ性もなく、プラケットを透視しつつ作業でき、押し出しおよび硬化の際にプラケットが移動することがなく、適度の硬化速度を有するので作業性が良好で、処理後の脱型も容易であった。

フロントページの続き

(51) Int.Cl.⁶
C 08 L 83/07

識別記号
L R P

府内整理番号
A 61 C 7/00

技術表示箇所
Z